

PAT-NO: JP360126036A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 60126036 A
TITLE: PRODUCTION OF POWDERY SOYBEAN PROTEIN
PUBN-DATE: July 5, 1985

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

AKASAKA, TAKESHI
TERAJIMA, MASAHIKO
KAWADE, HIROYUKI
TANIGUCHI, HITOSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

FUJI OIL CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP58233199

APPL-DATE: December 10, 1983

INT-CL (IPC): A23J003/00, A23L001/20

US-CL-CURRENT: 426/471, 426/656

ABSTRACT:

PURPOSE: A fine powder of soybean protein as a starting material is moistened by spraying it with a water-containing liquid in a fluidized bed and dried simultaneously or thereafter to give the titled product which is improved in flying-off, dispersion and solution in water.

CONSTITUTION: A soybean protein fine powder of 200 mesh and undersize particles is fluidized in a gaseous fluid and the fluidized powder is sprayed with a water-containing liquid for moisturization. Thus, the particles are coagulated and granulated, when dried, thus flying-off and dispersion

and
solution in water are improved. This process is applicable, even
when the
powder contains more than 50% of particles passing through 200 mesh.
Thus,
higher efficiency of coating with a surface active agent becomes
possible to
improve flying-off and dispersibility in water and reduce the
consumption of
the surfactant which has adverse effects on taste.

COPYRIGHT: (C)1985,JPO&Japio

powder

⑤ Int.Cl.⁴

G 11 B 5/712

識別記号

庁内整理番号

7350-5D

④ 公開 昭和63年(1988)10月20日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 磁気記録媒体

⑰ 特 願 昭62-87540

⑱ 出 願 昭62(1987)4月9日

⑲ 発 明 者 檜 垣 勇 三 東京都町田市高ヶ坂1143-3

⑳ 出 願 人 日清製油株式会社 東京都中央区新川1丁目23番1号

明 細 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体

2. 特許請求の範囲

(1) 実質的にヒドロキシル化レシチンより成る単分子層が表面のほぼ全面に被覆された磁性粉と、所要の結合剤等とから成る磁性層が、非磁性支持体上に被着されて成ることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) ヒドロキシル化レシチンがヒドロキシル化植物性レシチンである特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体。

(3) ヒドロキシル化植物性レシチンがヒドロキシル化大豆レシチンである特許請求の範囲第2項記載の磁気記録媒体。

(4) ヒドロキシル化レシチンがヒドロキシル化水素添加レシチンである特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体。

(5) ヒドロキシル化レシチン中の油分含量が5%以下である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録

媒体。

(6) ヒドロキシル化レシチンがホスファチジルコリン、ホスファチジルエタノールアミン、ホスファチジルイノシトール等の各リン脂質を濃縮分画したレシチンを使用したヒドロキシル化分画レシチンである特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体。

3. 発明の詳細な説明

(a) 産業上の利用分野

本発明は磁気記録媒体に関し、特にその磁性粉の分散性を向上させ性能の向上をはかるものである。それとともに表面性及び耐摩耗性に優れた磁気記録媒体を提供せんとするものである。

(b) 従来の技術

従来、磁気記録媒体において、その磁性塗料中の磁性粉の分散性を向上させるため、磁性粉に対し各種分散剤、即ち界面活性剤による前処理を行っている。この界面活性剤としては、例えば脂肪酸あるいは脂肪酸の金属塩(金属石けん)等が用いられるが、これらを磁気記録媒体に用いても、

界面活性能が充分でなく、充分な分散効果を期待することはできない。

また、レシチンによって磁性粉を前処理する方法もあるが、ここに用いられるレシチンは市販のペースト状大豆レシチンと呼ばれる油分が35%程度含まれているものであり、またこれをさらにアセトン等で洗浄して中性脂肪や脂肪酸等を除去したレシチンを用いる方法も提案されているが、いずれの場合も、磁性粉の分散効果、安定性、走行特性等が不十分である。また、特開昭52-156606では、ホスファチジルコリンを高濃度に濃縮し、分散性を付与しているが、高濃度に濃縮することは、操作が複雑であると共にコスト的に非常に不利である。

(4) 発明が解決しようとする問題点

最近の機器の高性能化に伴う磁気記録媒体における磁性粉の微粒子化、塗膜の薄膜化とともに、磁性粉の分散効果がより高く、安定性、走行性等の優れた磁気記録媒体が要請されている。

本発明の目的は、前記の難点がなく、従来のもの

に比べ、磁性粉の分散性が改善され、かつ各種の磁気特性、機械的特性にすぐれた磁気記録媒体を提供することにある。

(4) 問題点を解決するための手段

本発明者は、従来一般に使用されている動植物レシチン中のアルキル基の二重結合の一部または全部をヒドロキシル化することにより、磁性粉の分散効果、安定性、走行特性等の優れた磁気記録媒体が得られることを見出し、これに基づいて本発明に到達した。

即ち、本発明は実質的にヒドロキシル化されたレシチン混合物より成る単分子層が表面のほぼ全面に被覆された磁性粉と、所要の結合剤等とから成る磁性層が、非磁性支持体上に被覆されていることを特徴とする磁気記録媒体である。

レシチンの語は、化学的にはホスファチジルコリンを意味するが、商業的にはリン脂質を意味しており、本発明でいうレシチンとは後者をさすものとし、化学用語のレシチンの場合はホスファチジルコリンという語を用いることとする。

本発明で使用するヒドロキシル化されたレシチン混合物の原料であるレシチンとしては、卵黄レシチン、大豆レシチン、なたねレシチン、サフラワーレシチン、ひまわりレシチン、綿実レシチン等の動植物レシチンが挙げられるが、価格、供給面等から大豆レシチンが有利である。しかしながら、その他の動植物レシチンを出発原料としても何ら性能に大きな違いはない。

また、レシチンをアセトン等で洗浄して中性脂肪や脂肪酸等を除去したレシチン（以下高純度レシチンという）をヒドロキシル化する際の原料とすることもできる。

ヒドロキシル化されたレシチン混合物中の油分、脂肪酸等の不純物含量は少ない方が効果が大であり、高純度レシチンをヒドロキシル化したものでは、油分等の含量は5%以下か、それより少ない方が効果が高い。

ヒドロキシル化の方法は、古くは米国特許明細書第2445948号（1948年）にも記載されており、乳酸、酢酸、リンゴ酸、酒石酸等の酸

の存在下過酸化水素と反応することにより行うことができる。

この際、油分の少ないレシチンに対しては、ヘキサン、ベンゼン、トルエン等の溶剤の1種または2種以上を用いて溶解または分散して反応させることにより行われる。

本発明では、ヒドロキシル化反応後のヒドロキシル化レシチンを水素添加したヒドロキシル化水素添加レシチンを使用することも可能である。

水素添加方法は一般的にヘキサン、ベンゼン、シクロヘキサン、ジエチルエーテル、メタノール、エタノール、プロパノール等の溶媒の1種又は2種以上を用いて溶解し、通常、ニッケル、白金、パラジウム、ロジウム等の触媒の存在下、水素圧5～150 kg/cm²、反応温度50～80℃で1～15時間水素添加することにより行われる。この場合、目標の水素添加率により水素添加条件を調整する。

また、レシチンおよび高純度レシチン中にはホスファチジルコリン、ホスファチジルエタノール

アミン、ホスファチジルイノシトール、ホスファチジルセリン等の各リン脂質が含まれているが、これら各リン脂質のそれぞれ、単独もしくは濃縮した各分画レシチンを使用することも可能であり、本発明はこのような実施態様も含むものである。レシチンから上記の各リン脂質を濃縮、分画する方法としてはエタノール、イソプロパノール等の溶剤による分画方法、ケイ酸カラムクロマト等のカラムによる濃縮、分画方法等がある。さらにこれらのヒドロキシル化分画レシチンを水素添加したものも使用できる。

本発明の磁気記録媒体は、磁性粉のほぼ全表面を実質的に上記のヒドロキシル化されたレシチン混合物により被覆し、この被覆の施された磁性粉を、結合剤および必要に応じて諸特性を調整するための他の各種添加剤と共に混練して非磁性支持体上に塗布して磁性層を形成することにより得られる。

(e) 製造例および実施例

製造例 1

表 - 1

リン脂質 組成	ホスファチジルコリン	25%
	ホスファチジル エタノールアミン	23%
	ホスファチジル イノシトール	16%

製造例 3

製造例 2 で得た高純度大豆レシチン 500 g を 3 倍量の 95% エタノールで抽出し、アルコール抽出物を溶剤留去後、乾燥してペースト状黄褐色物質（ヨウ素価 98）を得た。リン脂質組成を表 - 2 に示す。

市販のペースト状大豆レシチン 200 g（アセトン可溶分 34%，ヨウ素価 95）を 50℃ に加温し、乳酸（75%）6 g、過酸化水素 28 g を加え、50℃ で 5 時間攪拌する。その後減圧にて乾燥し、ヒドロキシル化大豆レシチン（ヨウ素価 31）を得た（試料 1）。

製造例 2

製造例 1 と同じ市販のペースト状大豆レシチン 3 kg を 6 ℓ のアセトンで 3 回攪拌して、中性脂肪、脂肪酸等を除去して、主としてリン脂質からなる沈澱物を得、乾燥する。この高純度大豆レシチン（ヨウ素価 85）200 g を 2 倍量のヘキサンに溶解し、製造例 1 と同様にヒドロキシル化反応を行い、ヒドロキシル化高純度大豆レシチン（ヨウ素価 33）を得た（試料 2）。

なお、上記の高純度大豆レシチンの組成を表 - 1 に示す。

表 - 2

リン脂質 組成	ホスファチジルコリン	62%
	ホスファチジル エタノールアミン	18%
	ホスファチジル イノシトール	1%

次にこの分画レシチン 150 g について製造例 1 と同様にヒドロキシル化反応を行い、ヒドロキシル化分画レシチン（ヨウ素価 39）を得た（試料 3）。

製造例 4

製造例 2 で得たヒドロキシル化高純度大豆レシチン 300 g を 2 倍量のベンゼン／エタノール＝5／1 に溶解し、2 ℓ オートクレーブ中で、触媒として 10% バラジウムカーボン 2%、水素圧 20 kg/cm²、温度 50℃、反応時間 4 時間の条件で

水素添加し、触媒を濾別後、溶剤を留去して、ヒドロキシ化水素添加高純度大豆レシチン180g (ヨウ素価3) を得た (試料4)。

実施例1

試料1, 2, 3, 4を分散剤として用い、これと磁性粉とをメチルエチルケトン (MEK) によって混合して、ボールミル中で7時間混合分散し、均一な懸濁液とした。この混合液 (以下この混合液を混合液Aという) の組成を以下に示す。

MO2228 (γ - Fe_2O_3 磁性粉: Pfizer製商品名)

300重量部

試料1, 2, 3または4 (分散剤)

45重量部 (1.5PHP)

MEK (溶剤)

300重量部

この混合液Aを結合剤となるVYHH (U.C.C社製商品名: 塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体) 50重量部と、更にMEK300ccよりなる溶液と混合し、ボールミル中で20時間混練して磁性塗料を得た。この磁性塗料をポリエチレンテレフタレートフィルムより成る非磁性支持体上に塗布

し、硬化し、カレンダー処理を行い、裁断し、磁気記録媒体を得た。その結果は試料1, 2, 3, 4のいずれもすぐれた分散効果を示し、また磁気特性も優れていた。

本発明では結合剤として、従来公知の種々の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂を用いることができ、たとえば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、ニトロセルロース等のセルロース誘導体、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂等、またはその混合物が用いられる。また、必要に応じてポリイソシアネート等の硬化剤が用いられる。

なお、実施例1で用いた γ - Fe_2O_3 は、長軸0.7~0.8 μm 、軸比8~10を有し、飽和磁化 Γ_s が72emu/g γ 、比表面積21.1 m^2/g のものである。しかし、磁性粉としては、これ以外に種々のものを用いることができる。例えば、 Fe_3O_4 あるいはCo等を含有する γ - Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 γ - Fe_2O_3 と Fe_3O_4 の中間の酸化状態を有する酸化鉄、

Co等の元素を含有し、 γ - Fe_2O_3 と Fe_3O_4 の中間の酸化状態の酸化鉄、 CrO_2 (強磁性二酸化クロム) あるいはFe-Co, Fe-Co-Ni等の金属又は合金強磁性粉を用いることができ、またこれらを混合して用いてもよく、特に限定されるものではない。

更にまた、油性層への他の添加物としては、滑剤としてシリコンオイル、グラファイト、二硫化モリブデン、脂肪酸エステル類、あるいはスクワラン等の炭化水素が用いられる。

また、帯電防止剤としてはカーボンブラック、第4級アンモニウム塩等が用いられる。

この他に Cr_2O_3 、アルミナ等の研磨剤粒子等が添加されてもかまわない。

また、磁性粉と分散剤の溶剤、希釈溶剤、磁性塗料中の溶剤としては、夫々MEK、シクロヘキサノン、トルエン、テトラヒドロフラン、イソプロピルアルコール、酢酸ブチルのうちから同一のもの、あるいは異なるものから選び得る。

(1) 発明の効果

ヒドロキシ化されたレシチン混合物を磁性粉

の分散剤として使用した場合、分散力にすぐれ均一な塗膜が得られ、十分な界面活性効果を発揮する。従って、本発明の磁気記録媒体は、従来のものに比べ、分散性、安定性、走行特性等の優れた磁性層が形成されたものであり、静止画像時間が長く、摩耗量、磁気ヘッドの摩耗度等が少ないという利点を有している。

特許出願人 日清製油株式会社